

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 64-087777

(43)Date of publication of application : 31.03.1989

(51)Int.Cl. C23C 16/50  
C23C 16/52

(21)Application number : 63-176851 (71)Applicant : BOC GROUP INC:THE

(22)Date of filing : 15.07.1988 (72)Inventor : FELTS JOHN T

LOPATA EUGENE S

(30)Priority

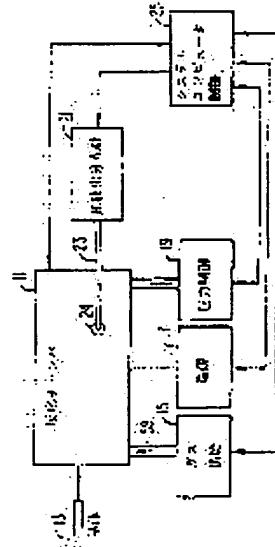
Priority number : 87 73928 Priority date : 15.07.1987 Priority country : US  
88 191448 09.05.1988 US

## (54) CONTROL METHOD OF PROCESS TO DEPOSIT THIN FILM OF SUBSTANCE ON BASE BODY

(57)Abstract:

PURPOSE: To uniformize a coating film and to improve reproducibility by controlling an input variable to a plasma process corresponding to monitoring of a property of electromagnetic emission discharge in a visible region and a near visible region.

CONSTITUTION: A base body 13 to be formed with a thin film is arranged in a reaction chamber 11, one kind gas or more is supplied in the chamber 11 by a gas supply system 15, an electric field is formed by a power source 17 and low pressure is maintained by a pressure control system, 19. Plasma is formed in the chamber 11 and a thin film is formed on the base body 13. In this case, a visible and a near visible emissions of plasma are sent to an optical emission spectroscope 21 through a crystal window 24 arranged on a chamber 11 sidewall and an optical transmission medium 23 of an optical fiber connected thereto. By detecting two properties of emission discharge of a single kind in plasma and electronically comparing these and automatically changing one



process parameter or more, the property is adjusted so as to have a desired relationship.

## ⑫ 公開特許公報 (A) 昭64-87777

⑬ Int.Cl. 4

C 23 C 16/50  
16/52

識別記号

庁内整理番号

7217-4K  
7217-4K

⑭ 公開 昭和64年(1989)3月31日

審査請求 有 請求項の数 18 (全 19 頁)

⑮ 発明の名称 プラズマによる薄いフィルムの付着プロセスを制御する方法及び装置

⑯ 特願 昭63-176851

⑯ 出願 昭63(1988)7月15日

優先権主張 ⑯ 1987年7月15日 ⑬ 米国(US)⑯ 073928  
⑯ 1988年5月9日 ⑬ 米国(US)⑯ 191448

⑰ 発明者 ジョン テイー フェルツ アメリカ合衆国、カリフォルニア州 94501 アラメダ

⑰ 発明者 ユージーン エス ロバタ アメリカ合衆国 カリフォルニア州 94536 フリーモント パークサイド ドライブ 2515

⑯ 出願人 ザ ピーオーシー グループ インコネボレル アメリカ合衆国 ニュージャージー州 07645 モントベーテッド

⑯ 代理人 弁理士 中村 稔 外4名

## 明細書

## 1. 発明の名称

プラズマによる薄いフィルムの付着プロセスを制御する方法及び装置

## 2. 特許請求の範囲

(1) 複数の制御可能なプロセスパラメータでプラズマが形成されるチャンバ内で基体上に薄い材料フィルムを付着するプロセスにおいて、上記プラズマは複数の原子及び/又は分子の種を含み、その各々は、可視又は近可視波長レンジ内の観察可能な電磁放射放出を有し、その性質は上記制御可能なプロセスパラメータを変える際に変化し、上記プロセスを制御する方法が、

プラズマにおける單一種の放射放出の2つの特性を検出し、

上記2つの特性を電子的に比較し、そして

上記プロセスパラメータの1つ以上を自動的に変更して、2つの検出された單一種の放射放出特性をこれらが所定の所望の関係を有するように調整するという段階を具備することを特徴とする

## 方法。

(2) 上記の検出段階は、2つの異なる帯域巾領域における單一種の放出の強度を上記2つの特性として検出することを含む請求項1に記載の方法。

(3) 上記の比較段階は、2つの帯域巾の放出の強度の比を電子的にとることを含み、上記自動調整段階は、その比を所望の量と比較することを含む請求項2に記載の方法。

(4) プラズマにおける別の種の放出の定められた帯域巾の強度を検出する付加的な段階を具備した請求項2に記載の方法。

(5) 上記放射放出の検出段階は、上記放出の2つの特定の狭い帯域巾内における強度の比が実質的に最大となるようなプラズマに対する物理的な位置において上記放出を検出することを含む請求項1に記載の方法。

(6) 複数の制御可能なプロセスパラメータでプラズマが形成されるチャンバ内で基体上に薄い材料フィルムを付着するプロセスにおいて、上記

プロセスパラメータは、圧力、チャンバに送られる2つ以上のガスの個々の流量、及び電界を含むものであり、上記プロセスを制御する方法が、

上記プラズマの單一種からの可視又は近可視電磁放射放出の2つの狭帯域巾線の各々の強度を検出し、

上記波長帯域強度の比を電子的に計算し、

上記の比を、付着プロセス中に維持されるべき所望の比と電子的に比較し、そして

上記プロセスパラメータの1つ以上を自動的に変更して、上記計算された比と上記所望の比との差を減少するように上記計算された比を調整するという段階を具備することを特徴とする方法。

(7) 上記單一種の検出された線よりも著しく高いエネルギーレベルから得られた別の種からの可視又は近可視電磁放射放出の狭帯域巾線の強度を検出し、

上記放出線強度の第2の比を電子的に計算し、この第2の比は、上記單一種からの2本の放出線の一方の強度と、上記別の種の放出線の強度との

間にあり、

上記第2の計算された比と、付着プロセス中に維持されるべき第2の所望の比を電子的に比較し、そして

上記プロセスパラメータの1つ以上を自動的に変更して、第2の計算された比と第2の所望の比との間の差を減少するように第2の計算された比を調整するという段階を更に具備する請求項6に記載の方法。

(8) 上記別の種は、不活性ガスより成る請求項7に記載の方法。

(9) 上記調整段階は、チャンバへ送られる少なくとも1つの上記ガスの流量を自動的に変える段階を含む請求項6に記載の方法。

(10) 上記第2の比を調整する段階は、チャンバに送られる少なくとも1つの上記ガスの流量を自動的に変える段階を含む請求項7に記載の方法。

(11) 上記比較段階は、上記強度の比からプラズマの平均電子温度を計算する段階を含む請求

- 3 -

項6に記載の方法。

(12) 少なくとも第1及び第2のガスがチャンバに流れ込むことにより磁界及び電界の領域にプラズマが形成されるチャンバ内で基体上に薄い材料のフィルムを付着するプロセスにおいて、

プラズマの單一種からの可視又は近可視電磁放射放出の2つの各狭帯域巾線の第1及び第2の強度レベルを検出し、

上記單一種の検出線よりも著しく高いエネルギーレベルから生じる別の種からの可視又は近可視電磁放射放出の狭帯域巾線の第3の強度レベルを検出し、

上記第1及び第2の強度レベルの第1の比を電子的に得、

上記第1及び第3の強度レベルの第2の比を電子的に得、

上記第1の比を第1の所定レベルに維持するように上記チャンバに送られる第1のガスの流量を調整し、そして

上記第2の比を第2の所定レベルに維持する

- 4 -

ように上記チャンバに送られる第2のガスの流量を調整するという段階を具備することを特徴とするプロセス。

(13) 上記第1のガスは、上記第1の種がプラズマ中に分子から分割されるように含まれている分子を有することを特徴とし、上記第2の種は不活性であることを特徴とし、そして上記第2のガスは、プラズマ中の電子の平均エネルギーを変更することを特徴とする請求項12に記載のプロセス。

(14) 上記第1のガスは有機シリコン蒸気を含む請求項12に記載のプロセス。

(15) 上記第2のガスは酸素を含む請求項12に記載の方法。

(16) 上記強度レベル検出段階は、上記第2の強度比が実質的に最大となるようなプラズマの領域からプラズマ放出強度を検出する請求項12に記載の方法。

(17) プラズマ中の電子温度のレベルを測定する方法において、

プラズマの単一種からの可視又は近可視電磁放射放出の2つの各狭帯域帯の強度を検出し、

上記波長帯域強度の比を電子的に計算し、そして

上記比からプラズマの平均電子温度の推定値を電子的に計算することを特徴とする方法。

(18) 複数の制御可能なプロセスパラメータに基づいてプラズマが形成されるチャンバ内に配置された基体上に薄い材料のフィルムを付着するシステムにおいて、付着プロセスを制御する装置が、

プラズマと光学的に連通してそこからの放出の少なくとも2つの波長帯域の強度の比を測定する手段と、

上記比を受け取り、これを所定の所望値と比較するための手段と、

上記比較手段に応答して、上記比を上記所定の所望値に実質的に等しく維持するように上記制御可能なプロセスパラメータの少なくとも1つを調整する手段とを具備することを特徴とする装置。

### 3. 発明の詳細な説明

#### 産業上の利用分野

本発明は、一般に、基体上に薄いフィルムを付着する際のプラズマ診断及びプロセス制御に係り、より詳細には、スパッタリング、プラズマ助成式の化学蒸着 (PECVD) 及びプラズマポリマ化を用いたプロセスに係る。

#### 従来の技術

良く知られているように、チャンバ内において制御された電界の領域に少なくとも1つのガスを導入することによって薄膜付着プラズマが形成される。このようなプラズマプロセスの多くは、低い圧力において磁界を限定して行なわれる。ほとんどのプラズマプロセスは、少なくとも、内部の圧力レベル、電界の特性、そしてプラズマに送り込まれる個々のガスの組成及び比例流量の制御を含む。これら変数の選択は、形成される薄いフィルムの特性に影響する。この特性には、フィルムの硬度、基体へのその付着性、或る種の液体又はガスに対するその浸透性、半透明及び屈折率の

- 7 -

光学特性、並びにその一般的な組成が含まれる。形成されるフィルムのどの特性が重要であるかは、それにより形成される製品の目的及び用途によって左右される。例えば、耐スクラッチ性の被膜がガラスに付着される場合には、フィルムの硬度、ガラスへの付着性及び光学的な透明度が最も重要な特性となる。酸素の浸透を防ぐような被膜が所望される別の例では、薄いフィルムのそのような特性が最も重要とされる。

#### 発明が解決しようとする課題

もちろん、所望のフィルム特性を有する製品を製造するようにプラズマ変数を制御することが所望される。これまで、ほとんどのプロセス制御は、形成されるプラズマ特性の幾つかの不完全な測定値に基づいて手動で行なわれている。1つのこのような技術は、プラズマ内に配置されたラシグミュア (静電) プローブ (1つ又は複数) を使用することによってプラズマの平均電子エネルギーの尺度であるプラズマの電子温度 ( $T_e$ ) を測定することである。次いで、所望のフィルム特性又

- 8 -

は基体に対するフィルムの付着率を得るに必要であると判断された電子温度に平均電子温度が一致するまで、プラズマ変数が手動で調整される。然し乍ら、ラングミュアプローブ (1つ又は複数) はプラズマ内に配置しなければならないので、これらプローブは、付着されるフィルムで急速に被覆されることになり、その読みに著しいエラーが生じることになる。又、このような平均電子温度測定値は、プラズマ特性の部分的な画像しか与えず、或る薄膜プロセスにおいてはこれでは不充分である。

大きな商業的な規模の薄膜付着プロセスにおいては、オペレータが特定の用途にとって最適であると考える組合せに対してプラズマ変数を調整し、次いで、運転を行ない、サンプルをテストすることが通例である。そして多くのこののようなテストサイクルに応答してプラズマ変数が再調整されだときには、プラズマプロセスが商業的な運転に対して調整されたことになる。

そこで、本発明の主たる目的は、均一で且つ

再現性のあるフィルムを有する被覆製品の収率を高めるためにプラズマプロセスの改良された監視及び制御方法を提供することである。

本発明の別の目的は、自動車及び建築用ガラスのような大きな基体を被覆する際に商業的なベースで連続的に使用するのに適したプラズマによる薄いフィルムの付着プロセスを提供することである。

#### 課題を解決するための手段

これら及び更に別の目的は、簡単に且つ一般的に述べると、プラズマの可視及び近可視領域における電磁放射放出の特性が例えば分光計を使用して監視されそしてこの監視に応じてプラズマプロセスへの入力変数が制御される本発明の種々の特徴によって達成される。この監視及び制御の目的は、プラズマ放出の監視される特性を、付着される薄いフィルムの幾つかの所望の特性に関係付けるために決定されているレベルに維持することである。このような特性は、例えば、フィルムの耐スクラッチ性又は光学的な透明度である。高い

フィルム付着率に關係していると分かっているプラズマ放出の幾つかの特性を制御することもできる。これらのプラズマ特性は、監視されるプラズマ放出特性を厳密な範囲内に維持するために必要であるプラズマ入力変数に対して自動的に調整を行なうことによって実時間で制御される。これにより、薄いフィルムの被膜が均一になり且つプロセスが再現可能なものとなる。フィルム特性を個別にテスト付着しそしてその後に分析するという必要性が最小限にされる。この診断及び制御技術によって、大きな基体を商業的なベースで被覆する高収率のプロセスが実現可能となる。

以下に述べる本発明の特定の特徴によれば、プラズマの複数の各放出線の強度が測定されて比較される。プラズマの平均電子温度 ( $T_e$ ) は、プラズマ内の單一種からの 2 本の放出線の強度の比に比例することが分かった。このような種は、衝突する電子からのエネルギーを吸収することによって放出されるように励起されるので、線の強度がこのような平均エネルギーに比例する。放出線の

- 11 -

強度を比較することにより、これらエネルギーの分布を推定しそして  $T_e$  を計算することができる。プラズマの平均電子温度は、形成されるフィルムの付着率及び特性に影響するので、実時間のプラズマ制御システムに入力すべき重要な情報部分となる。平均電子温度を計算するのとは別に、單一種の放出線の強度の比は、所定の比の値が得られるまでプラズマ入力変数を調整することによって直接制御されてもよく、上記所定の比は、所望の特性を有するフィルムを形成するように前もって決定される。

2 つの放出線の別の比をとることにより（その一方の放出線は電子の衝突からの高いエネルギーを必然的に吸収する種によって発生されそして他方の放出線は測定放出を与えるように電子の衝突からの低いエネルギーを相当に吸収する確率のある種によって発生される）、プラズマ内の電子エネルギー（温度）分布の下降する「テイル」を監視しそして制御することができる。プラズマ内の高エネルギー電子は、他の変数を最適化する間に偶発的

- 12 -

に抑制されることが分かった。それ故、高エネルギー電子の密度を個別に測定することにより、このようなことが生じているかどうかを明らかにして、充分な割合の高エネルギー電子をプラズマ内に維持するように実時間で調整を行なうことができる。形成されるフィルムの硬度については、高エネルギーの電子を充分に供給することが重要である。

#### 実施例

本発明の更に別の目的、特徴及び効果は、添付図面に関連した好ましい実施例の以下の詳細な説明より明らかとなろう。

#### 一般的なシステム

先ず始めに第 1 図を説明すれば、プラズマが形成される包囲された反応チャンバ 1-1 を備えたシステムが概略的に示されており、チャンバ 1-1 内には基体 1-3 のような基体がこれに材料の薄いフィルムを付着するために配置される。基体 1-3 は、真空に適合する材料、例えば、金属、ガラス、或るプラスチック及びその他の被覆された基体である。反応チャンバにはガス供給システム 1-5 に

よって1つ以上のガスが供給される。電源17によって電界が形成され、圧力制御システム19によって低い圧力が維持される。光放射分光計21が光ファイバの光伝達媒体23を経て或る適当なやり方で反応チャンバに接続されており、これにより、プラズマの可視及び近可視（特に紫外線波長）の放射が分光計に送られる。反応チャンバの側壁に設けられた水晶の窓24は、プラズマ放射を外部のファイバ媒体23に光学的に接続するのに使用することができる。コンピュータ制御部分を含む一般的なシステム制御器25は、システムの他の要素から状態情報を受け取ると共にそれらに制御コマンドを送るようにシステムの他の要素の各々に接続される。

反応チャンバ11は、第1図のシステムでは、スパッタリング、プラズマ助成式の化学蒸着（P E C V D）、プラズマポリマ化プロセス又はその他の真空薄膜付着プロセスを実行するための適当な形式のものである。第1図のシステムの幾つかの要素は第2図を参照して詳細に説明し、P E C

V D又はプラズマポリマ化プロセスの一例も説明する。反応チャンバ11は、アイソレーションスリットバルブ31によって装填ロック区画27とプロセス区画29とに分割される。圧力制御システム19は、バルブ35によって装填ロックチャンバ27に接続された機械的なポンプ33を備えている。又、圧力制御システムは、拡散ポンプ37及び39と、それに関連した機械的なポンプ41とを備えている。拡散ポンプ37は、アイソレーションゲートバルブ43及び調整可能なバッフル45を通して装填ロックチャンバ27に接続される。同様に、拡散ポンプ39は、アイソレーションゲートバルブ47及び調整可能なバッフル49によりプロセスチャンバ29に接続される。バッフル49は、被覆プロセスが行なわれる間に内部圧力を所望の値に維持するようにシステム制御器25によって制御される。

被覆されるべき基体は、バルブ31を閉じた状態で装填ロック区画27に最初に装填される。次いで、機械的なポンプ33が圧力をほど高い真

空領域まで減圧させる。次いで、拡散ポンプ37が作動し、圧力を更に  $5 \times 10^{-6}$  Torrまで減圧させる。この作動圧力は、典型的に、P E C V D又はプラズマポリマ化プロセスの場合には  $4.6 \mu$  の付近であり、これは、プロセスガスを反応チャンバに流し込みそしてバッフル49を用いて拡散ポンプ39を絞ることによって得られる。装填及び取り出し操作中には、拡散ポンプ39が付着チャンバ29を作動圧力に維持する。装填ロックチャンバ27が基礎圧力に減圧されると、バルブ31が開けられ、基体13が付着チャンバ29に移動される。

プラズマが形成される領域51を通して基体13を前後に移動させる構成にされている。ここに述べる例示的なシステムでは、好ましくはアルミニウムで作られた複数のローラ53と、基体を支持する電気絶縁のリングスペーサ（外面に取り付けられた）とによってこれが行なわれる。ローラは、それらの軸の周りで制御可能な速度で回転して基体13を移動させるようモータソース（図

示せず）によって駆動される。典型的な付着プロセスは、基体13をプラズマ51に前後に何回も通し、基体13の上面に付着される薄いフィルムが所望の均一の厚みになるようにすることを含む。

磁気構造体55及びカソード57で形成されたマグネットロンがチャンバ28内に配置される。電源17の出力は、カソード57と、反応チャンバ29の金属本体との間に接続される。マグネットロンは、磁界と電界の適当な組合せを領域51に形成し、適当なガスが反応チャンバ29に導入されたときにプラズマを形成させる。基体13は電気的に分離された状態に維持され、プラズマ領域51を直接通過するようにされる。

領域51にプラズマを形成するに必要なガス成分は、コンジット59によって付着チャンバ29に導入される。複数のガス供給ノズルを長さに沿って有しているチューブ（図示せず）が、コンジット59がチャンバ29に入る位置においてチャンバ29の巾を横切って（第2図の紙面に向かう方向に）配置されている。ガスは、第2図に点

線で示すように、付着チャンバ29内で一般に供給チューブから拡散ポンプ39へと流れる。ポンプ39に接近したプラズマ領域51の側にガスを導入するのが好ましいと分かった。マグネットロンの各側にある一対のバッフル61及び63は、ガス流をプラズマ領域51に閉じ込める助けをする。

コンジット59に接続された特定のガス供給システム15は、もちろん、組み合わされるガスの数と、それらの性質とによって左右される。第2図の例では、高い圧力状態にあるガスの2つの個別のソース65及び67が用いられるが、他のプロセスではそれより少數の又は更に別のガス源が必要とされる。又、この特定の例では、蒸発されるべき液体材料のソース69が設けられる。蒸発装置71は、該装置の一部分である流量計に基づいて動作するシステム制御器25からの制御信号に基づいて所望の制御された流量の蒸気を入力コンジット59に供給する。同様に、高圧力のガス65及び67は、各々、個々に制御される流量計73及び75を通して供給される。プラズマ5

1の、ひいては、それにより基体13上に付着されるフィルムの重要な制御は、導入チューブ59を経て付着チャンバ29へ流し込まれる各ガス成分の割合を調整する機能によって与えられる。各流量計73及び75と、蒸発装置71の流量計は、各々、これに流れるガスの流量に比例する電気信号をシステム制御器25に供給すると共に、システム制御器25からの信号に応答して、流量を調整及び制御する。

或る用途、特に、大規模な商業ベースのプラズマ被覆システムにおいては、供給システム15からの充分なガスの供給を確保する段階をとることが所望される。商業規模の被覆装置においては、付着される薄いフィルムの質を低下することなく最も高い付着率を得ることが所望される。反応チャンバ29内で利用できるガスの量によって付着率が制限されないように確保するためには、ガス供給システム15及び圧力制御システム19が充分なサイズのものでなければならない。

圧力制御システム19は、充分な未反応ガス

- 19 -

が常に反応チャンバ11内に得られるようにするために充分なガスを反応チャンバ11に流すことができるに足る大きさの機械的なポンプ41及び拡散ポンプ39をもつことが必要である。或いは又、このような流れを供給するように付加的なこのようなポンプを追加することもできる。第2図に示すポンプの作用を増加するために、拡散ポンプ39の入口にあるバッフル49を完全に取り外し、妨げのない状態で拡散ポンプ39を運転することができる。更に別のやり方としては、拡散ポンプ39も完全に取り去り、より大きな機械的ポンプ41を設けて、反応チャンバ29内の圧力を減少することもできる。

もちろん、圧力制御システム19において所与の大きなポンピング容量の利点を得るために、ガス供給システム15を充分なサイズのものにしなければならない。ポンピング容量と、ソースガス供給量とのバランスは、チャンバ29内に所望の作動圧力を生じると共に、反応ガス成分の供給不足によって薄いフィルムの付着プロセスが何等

- 20 -

の制限も受けないように、選択される。反応チャンバ11に複数のガス入口を設けることによっても、ガスの流量を増加できると共に、チャンバ全体にわたって新鮮なガスを良好に分布することができる。

#### プラズマ診断及び制御

ここに述べるシステム及び手順の主たる目標は、第1図及び第2図について説明したシステムを、均一な特性の薄いフィルムを再現可能に形成する連続的な商業的に実現可能なプロセスに利用することである。このようなシステムの特定例を第3図ないし第7図について説明する。ここに示す例では、液体69が有機シリコンであり、加圧ガス65及び67が各々酸素及びヘリウムである。説明上選択された特定の有機シリコンは、ヘクサメチルジシロキサン(HMDSO)であり、その構造が第4A図に示されている。この例示的なPECVDプロセスでは、非常に硬く、耐スクラッチ性があり、光学的に透明で且つ基体に非常に良く付着する薄いフィルムが形成される。この特定

の薄いフィルムの有用な用途には、自動車又は建築用のガラス基体の被膜が含まれ、これは、ガラス上に直接付着されるか、或いはスパッタ付着された低放射率被膜のような1つ以上の他の薄いフィルムの上面に付着される。明らかのように、この種類の基体は物理的に大きなものであり、各物品の全表面領域上に均一な特性を有するフィルムを形成するようにプロセスを行なうことができねばならない。然し乍ら、このような例について述べようとする診断及び制御技術は、他の多数の特定のプラズマプロセスや、薄膜付着プロセスの多数の出発ガス材料に広く一般的に適用できる。

第3図は、このようなガスの組合せによりプロセスチャンバ29に形成されたプラズマから第1図の分光計21により得られた光放出スペクトルの例を示している。3つの強力な放出線の強度が測定され、これを用いてプラズマの特性が診断され、プラズマを所望の状態に維持するのに必要とされるガス成分の相対的な割合が調整される。これらの線は、波長が約657.1nmの水素ア

- 23 -

コンソース材料の蒸気の流量を増加させるために流量計71が開けられる。

使用される第2の比は、プラズマの単一原子又は分子の種の2本の放出線の強度の比である。この特定例では、水素アルファ線81と水素ベータ線83の強度が用いられる。以下に述べるように、この比は、プラズマの平均電子エネルギー（平均電子温度Te）に比例する。この比又はこの比から計算したTeが基準値を越える場合には、コンピュータ制御器25が流量計73により酸素の流量を増加させるが、シリコンソース蒸気又はヘリウムの流量には影響しないようにする。強度の比又はこれから計算したTeが基準値より下がる場合には、酸素の流量が減少される。酸素の割合が大きいことは、このガス混合物の主たる電子ソースである原子状酸素との結合によって平均電子エネルギーを低下させると考えられる。

ここに例示するプラズマの性質について検討し、これに対する放出線強度比の関係について説明する。第4A図は、シリコンソース蒸気の分子

ルファ線81と、波長が約486.1nmの水素ベータ線83と、波長が約501.8nmのヘリウム放射線85である。これら3つの放射のピークは、スペクトルの周囲部分の強度に対して非常に強力であり且つ帯域幅が非常に狭いので、分光計21は、0.5nmの分解能を有していればよく、これは市販の計器の分解能の範囲に充分入るものである。

未知の変数及び不所望な光学信号ノイズの影響をなくすために、これら強度レベルの比を用いてプラズマの診断及びプロセスの制御が行なわれる。この例では、水素アルファ線81の強度と、ヘリウム線85の強度との比を用いて、流量計71を通るシリコンソース材料蒸気の流量が制御される。この材料は、放射が監視される水素のソースである。この比が基準値を越えたときには、コンピュータ制御システム25が装置71内の流量計によりシリコン材料蒸気の流量を減少させるが、他のガスの流量には影響が及ばないようにする。又、この比が基準値より下がった場合には、シリ

- 24 -

を示している。部分Si-O-Siが基体上に付着されることが所望される。第4A図に示すように、シリコン原子と酸素原子の結合エネルギーは、分子の他の結合よりも著しく大きい。この結合強度は、8.31電子ボルト(eV)である。シリコン原子とメチル族CH<sub>3</sub>との結合エネルギーは、4.53電子ボルトである。第4B図は、炭素/水素の結合エネルギーが3.51電子ボルトのメチル族を示している。それ故、シリコンソース分子と衝突する高エネルギー電子の分布を有するプラズマにおいては、電子と分子との衝突によりSi-O-Si成分に影響なくメチル族又は水素が分子の他部分から分離される確率が高い。プラズマに導入された酸素は、水素及び炭素と結合して種々のガス及び蒸気成分を形成し、これらは拡散ポンプ39を通して付着チャンバ29から排気されると考えられる。これは、プラズマガスの酸素成分の別の利点である。この例では、付着されるフィルムから炭素を完全に除去するか又は炭素を最小限にすることが所望される。無機質の薄いフィル

ムを得ることが目標である。

プラズマの電子群のエネルギーについての理論的なマクセリアン分布が第5図に示されている。実線の曲線87はこのような分布の1つを示している。この曲線87によって表わされた電子群は平均エネルギー $T_e$ を有している。電子群がこれより高いエネルギーを有しているときには、エネルギーの分布が破線89で示すようにシフトするが、その基本的な形状は保持される。同様に、電子群の全エネルギーが減少する場合には、別の曲線91で示すように曲線が下方位置にシフトする。

第5図から明らかなように、電子エネルギー分布曲線の適切な位置は、Si-C結合を破壊するに充分なエネルギーを有する電子の密度が、Si-O結合を不所望に破壊するに充分な大きさのエネルギーを有する電子の密度よりも著しく大きくなるような位置である。第5図の曲線の形状から明らかなように、これは実際に生じるが、縦の電子密度目盛が対数であることに注意されたい。実際に、実線87によって表わされた分布は、1.0より

若干大きな $T_e$ が所望されるここに述べる例においてほど最適であると分かった。

又、第5図では、第3図について述べた3つの放出線も示されていることに注意されたい。水素アルファ線93を生じさせる励起エネルギーは、約1.2電子ボルトに位置され、水素ベータ線95を生じさせる励起エネルギーは、約1.2.7電子ボルトに位置され、そしてヘリウム線97を生じさせる励起エネルギーは、約2.3電子ボルトに位置される。これらのエネルギーは、原子がその励起状態から弛緩したときに、監視される波長の放射線を放出させるために自由電子との衝突から水素原子又はヘリウム原子のどちらが吸収しなければならないかを示している。

第6図は、これを説明するための水素原子からのエネルギー図である。1.2.07電子ボルトより高い電子と衝突すると、アースエネルギー量子レベル $n=1$ からそれより高いエネルギー量子レベル $n=3$ へと移動する電子によって原子を励起状態にすることができる。その励起された電子が次に

- 27 -

低いエネルギー量子レベル $n=2$ まで下がると、水素アルファ波長の光子が放出される。同様に、1.2.73電子ボルトより大きなエネルギーの電子と衝突した励起された水素原子がその励起された量子エネルギーレベル $n=4$ からエネルギー量子レベル $n=2$ まで弛緩すると、水素ベータ波長の光子が放出される。その結果、これらの水素放出線の強度がこれらエネルギーレベルを有するプラズマ内の電子の密度に関係付けられる。従って、これら水素放出線の強度の比がこれら密度の比を与える。これにより、マクスウエリアン電子密度曲線をこれら2つの点に効果的に適合させることができ、ここから平均電子温度 $T_e$ を決定することができる。

然し乍ら、第5図の電子エネルギー曲線の高エネルギーの「テイル」は、別々に測定するのが望ましい。水素線の強度比は、曲線の他部分を定めるのに適している。というのは、それによって表わされた電子の密度がエネルギー分布曲線の主部分のエネルギーレベルにあるからである。然し、同時に、

- 28 -

それより高いエネルギーレベルの密度分布は、非常に低いレベルまで垂下し得る。これは、有効でないエネルギー結合によるものと考えられる。それ故、高いエネルギーレベルにおいて個別の測定も行なわれる。この例では、ヘリウム放出線が選択され、これは、水素線の1つ、好ましくは水素アルファ線と共に基準として回転される。この所望の比は、付着プロセスに先立って行なわれ、測定された比がその標準値と比較され、必要な調整が実時間で行なわれる。

第5図の曲線の「テイル」によって表わされた量の高エネルギー電子は、基体に直接当たるのが一般に望ましい。というのは、フィルムの交差結合の程度が高くなることによって形成される付着フィルムの硬度が改善されることが分かっているからである。又、フィルムのストレスも減少され、基体に対するフィルムの付着性が優れたものとなる。プラズマにおける水素アルファ線放出の強度とヘリウムの強度との比が低い場合には、これらの有効な結果を予想することができる。

この第2の比の形成にヘリウム放出線を使用することも、ヘリウムは不活性であることから効果的である。ガスは、プラズマの他のガス成分と結合しない。不活性ガスは、この利点を有していると共に、曲線の「テイル」部分に放出線を形成する。この例では、電界を確立することによってプラズマが開始されるときに電子の初期ソースを容易に作るために不活性ガスが主として用いられる。然し、この付加的な診断用途も有している。

測定した強度及び比から、第5図の電子エネルギー分布曲線を変更してプロセスを実行する必要があると判断されたときには、多数のやり方のいずれで実行することもできる。電源17の励起周波数を増加すると、電子の平均エネルギーを、少なくとも、電子がもはや急速に変化する電界に追従できなくなるような点まで増加させる傾向となる。電源17の電力は、付着チャンバの正確な形状に基づいて電子エネルギーの分布に影響し、電力が増加すると、電子エネルギーが増加する。調整することができる別の変数は、プラズマ内の分子の残留

時間を変化させると共に衝突の機会を増加させる全ガス流量である。チャンバ29内の圧力も或る範囲内で分子のエネルギーに影響する。然し乍ら、この特定例で使用される技術は、これらの変数を一定のレベルに保持し、その代わりに、反応チャンバ29へ送られる個々のガスの流量の比を変化させる。

水素アルファ及びベータ放出線強度の比から平均電子温度  $T_e$  を決定することは非常に重要である。他にも、放出スペクトルからプラズマの電子温度を決定することは、不可能ではないにせよ非常に困難であることが示唆されている。特定の放出線の電子温度と強度との数学的な関係は既にかなり前から知られている。然し乍ら、これらの数学的な関係は、プラズマ中の分子及び電子密度といった付加的な未知数も含んでいる。このように多くの未知数がある場合には、これらの式を直接用いて、放出線の強度から電子の温度を正確に決定することは困難である。然し乍ら、水素アルファ線とベータ線の比の場合と同様に、プラズマ

- 31 -

内の単一種からこのような2つの放出線の強度の比をとった場合には、これらの他の変数が数学的に打ち消され、もはや結果に影響しなくなる。この計算は、「冷間」プラズマ、即ち、平均イオンエネルギーが平均電子エネルギーに比して非常に低いプラズマを仮定している。

第7図には、3本の放出線の強度を監視しそして必要に応じて個々のガス成分流量の調整を行なって電子温度分布を許容範囲内に維持するための制御コンピュータプログラムのフローチャートが示されている。第7図のプロセスは、多数の機能モジュールとして最も良く説明することができる。第1モジュール101は、所望のプラズマパラメータと、実際に存在するパラメータとの両方の情報を必要とする。所望の平均電子温度  $T_e$  を入力し、次いで、第7図に示すように、プラズマ中に存在する電子温度を計算するのが好ましい。というのは、これにより、プロセスオペレータが既知の量を取り扱えるようになるからである。然し乍ら、  $T_e$  は水素アルファ及び水素ベータ放出

- 32 -

線の比に比例するから、その比自体を、第7図のフロー図の  $T_e$  が現われるところに簡単に代入することができる。これは、次いで、プロセスが調整される線強度比となる。

実際の量と所望の量がシステムにおいて決定されると、処理アルゴリズムの次のモジュール105は、水素アルファ放出線とヘリウム放出線との強度比を調べる。第1のステップ107では、実際の比と所望の比が比較される。これらが或る範囲内にある場合には、次のモジュール117のステップ109へジャンプすることにより処理要素105が完全に省略される。然し乍ら、所望の比と実際の比が等しくない場合には、ステップ11により流量計71が調整されて、シリコンソース蒸気の流れを、これらの比較された比が互いに近づく方向に変化させる。

モジュール105のステップ113では、計算された電圧が流量計71の範囲内にあるかどうかを確かめるためにチェックを行なう。もしその範囲内にあれば、処理はステップ109へ進む。

さもなくば、モジュール105の処理ループが再び実行される。第2の計算によって生じた電圧が流量計71の範囲内に入らない場合には、ステップ115で示すように、プロセスが停止されそしてエラーメッセージがオペレータに表示される。

シリコンソース蒸気の流量が調整されると、次の処理モジュール117が、所望の $T_e$ と実際の $T_e$ との比較に応じてプラズマへの酸素の流れを調整する。これらの量が許容範囲内で等しければ、処理ループは開始モジュール101へ戻り、データ収集及び比較機能をもう一度実行し、次いで、プログラムの他部分を実行する。このようにプラズマ特性を常時監視することにより、基体ごとのフィルムの均一性とフィルム特性の再現性とに対してプラズマを実時間で制御できるようにする。

プログラムモジュール117は、105とかなり類似した動作を行なう。酸素供給の流量計に対して新たに計算された電圧がその流量計の範囲内に入らないことがステップ119によって決定

されると、或るエラーが生じたものとしても一度計算が行なわれる。この第2回目も電圧が範囲内に入らない場合には、処理が停止され、エラーメッセージが表示される。然し乍ら、新たな酸素流量計バルブの制御電圧がその範囲内に入ると仮定すれば、処理は開始モジュール101へ戻り、処理モジュール101、105及び117が全部で4回実行されるまで繰り返される。4回目が終わった後及び最後の計算ループにより酸素流量計が更に調整された場合には、次の処理モジュール121が実行される。シリコンソース及び酸素の流量の調整が4回行なわれた後は、幾つかの他の調整を行なわねばならないという結論が出される。もちろん、次の計算モジュール121に至る前に許される処理サイクルの正確な回数は可変である。

モジュール121も $T_e$ を調べるが、この場合には、プラズマチャンバへ送られるヘリウムガスの流量を調整する。この不活性ガスの供給を増加すると、より多くの電子が発生され、ガス流量を減少すると、電子の数が少なくなる。ステップ

- 35 -

123においては、モジュール105及び117の場合と同様に、ヘリウムの流量計に対して計算された電圧についての同じチェックがモジュール121で行なわれる。ヘリウムの流量に対して適切な調整がなされると、プロセスは再び開始モジュール101へ戻り、サイクルを再び開始する。

もちろん、ここに述べるプロセスの細部については、このように実施される基本的な放出線監視規手準によってもたらされる効果を犠牲にすることなく変更できる多数の変形態様が考えられる。この同じ技術は、他のガスや、薄膜スパッタリングシステムの一部分であるプラズマと共に使用される。チタンターゲットのスパッタシステムでは、例えば、チタンの399.9nm放出線の強度と、窒化チタンの301.3nm放出線の強度とが測定される。これら線の強度の比は、前記した水素アルファとヘリウムの比の場合と同様に使用される。このスパッタリングの例では平均電子温度を計算するのにアルゴンからの2つの線強度を使用することができ、これは、PECVD例について

- 36 -

前記した水素アルファ線と水素ベータ線の強度の比に対応する。

電源17の電力のプラズマ入力変数及びチャンバ29内の圧力は、自動的に調整される変数として第7図のアルゴリズムに含まれない。少なくとも大きな処理バッチの場合にはこれら量を一定に維持すれば充分であると分かっている。これは、制御システム25を所望の電力及び圧力に設定することによって行なうのが好ましい。制御システム25には、これらの量を監視して必要に応じてそれらを調整し、セットされた一定レベルに維持するという標準的な機能が設けられている。

第3図に一例が示されたプラズマ51のスペクトルは、観察されるプラズマ内の位置によって左右される。即ち、3つの放出ピーク81、83及び85の絶対的及び相対的な強度は、光ファイバ23の端が反応チャンバ11の水晶窓24(第1図)に対して配置された場所に基づいて異なる。この位置が一定に保たれそしてプラズマ51を横切る強度分布が変化しない限り、上記したプロセ

スを制御する技術によってこれが最適にされる。然しそれ、例えば、装置の異なる部片に対して同じプロセス制御を使用することが所望される場合には、異なる放出スペクトルを有する位置においてプラズマが観察される見込となる。従って、或るプラズマ放出スペクトルに対して最適化された制御システムは、この制御システムが最適化されたところのプラズマとは異なる相対的強度の当該ピークを有するスペクトルで動作するよう再校正することができる。又、单一のマシンにおいても、被覆されている基体の変化、主として、その厚みの変化、ガスの変化、ガス流量の変化、ポンピング率の変化、システムに供給されている電力の或る相対的な変化、及び同様の事項により、プラズマにわたってスペクトルが変化し得る。

それ故、プラズマ付着プロセスの制御を更に最適化するために、第8図ないし第10図について説明する技術により、光ファイバ媒体23の端がこのような変化に拘りなくプラズマ内の同じ相対的位置からの光を収集するように維持する。

好みの位置として、プラズマに対して比較的容易に位置決めできるということから、光ファイバ23は、関連する狭帯域への放出の強度の比が最大となるような位置でプラズマを観察するように配置される。ここに示す例では、この比が、水素アルファ線の強度をヘリウム放射線の強度で除算したものの等しくなるのが好み。

第8図及び第9図を参照し、この比を最大に維持するために反応チャンバの透明窓24に対して光ファイバケーブル23を移動させるための機構について説明する。光ファイバケーブル23は、長い小直径の円筒チューブ301で終わるのが好み。ケーブルは、多数の個々の光ファイバを含むのが好み。チューブ301の目的は、光ファイバ端の光を受け入れる自然円錐角を制限して、水晶窓24に隣接したチューブ301の端の開口のサイズと実質的に同じサイズのプラズマ51の領域から放射される実質的にコリメートされた光線を受け入れるようにすることである。チューブ301の内面は、非常に反射性にされる。

- 39 -

光ガイドチューブ301は、X及びY方向に移動できるように反応チャンバ11に対して支持された支持ブロック303に取り付けられる。このような移動を与えるために適当な制御モータが使用される。その一例として、個々のX及びY方向の駆動モータ305及び307が使用され、これらモータは、各々の機械的な連結部309及び311を通して支持ブロック303を駆動し、ブロック303をこれら2つの方向に移動させる。モータ305及び307は、位置制御回路313によって制御され、これら回路は、適当な回路315によってシステムコンピュータ制御器25(第1図)に接続される。

次いで、ブロック303は、プラズマ51を観察するための位置であって水素アルファ線とヘリウム線との強度の比が最大となるような位置に光ファイバ端のチューブ301を移動するように容易に制御することができる。この調整は、基体が反応チャンバに配置されるたびに、より実質的には周期的なペースで、或いは被覆されるべき基

- 40 -

体の性質が著しく変化するときに、頻繁に行なうことができる。

所望の位置を決定する多数の特定の方法を第8図及び第9図の機構によって別々に実施することができる。その1つの方法は、窓42を横切る或るラスターパターンでファイバケーブルチューブ301を走査することであり、この間に、コンピュータ制御システム25は、各ラスター走査線の多数の位置で得た情報から所望の比を計算することができる。比が最大となるブロック303の位置が次いで決定され、プラズマを監視するためにブロックがその位置に復帰される。

最大強度比の位置を決定する多数の方法のうちの別の方法が第10図に示されている。第1のステップとして、317、319、321及び323で示された4つの離間され対置にチューブ301が配置される。これらの位置の各々に対して強度の比が計算され、最大値が決定される。この例において最大値が位置321で得られたとすれば、チューブ301は、位置321の周りの他の

4つの離間された位置、例えば、位置3.25、3.27、3.29及び3.31に配置される。これら4つの位置の各々に対する最大強度比に注目し、その位置の周りの別の4つのテスト位置に注目し、等々とされる。

もちろん、第8図ないし第10図について述べた機構とは別に、オペレータがシステムコンピュータによって計算される所望の強度比を観察しつつ、ファイバケーブルチューブ301を或るやり方で手で調整することができる。

好ましい実施例を参照して本発明の種々の特徴を説明したが、特許請求の範囲内で種々の変更がなされ得ることが明らかであろう。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の種々の特徴を利用したプラズマシステムを示す一般的な概略図。

第2図は、プラズマ付着チャンバ及びそれに関連した装置を示す側部断面図。

第3図は、プラズマ放出の例示的なスペクトルを示す図。

第4A図、第4B図及び第4C図は、例示的なプラズマ助成式化学蒸着プロセスに使用されるガスの分子の成分の結合を示す図。

第5図は、例示的なプラズマの電子エネルギー分布を示す一連の曲線。

第6図は、プラズマの单一種に対する例示的なエネルギーレベル図。

第7図は、測定されたプラズマスペクトルに応答してプラズマプロセスの入力変数を制御するコンピュータプログラムのフローチャート。

第8図は、第1図及び第2図のプラズマシステムに追加される付加的な要素を示す図。

第9図は、第8図の9-9線における部分断面図、そして

第10図は、第8図及び第9図に示した要素の動作の1つの特徴を示す図である。

11... 反応チャンバ

13... 基体

15... ガス供給システム

17... 電源

- 43 -

- 44 -

19... 圧力制御システム

21... 光放出分光計

23... 光伝達媒体

24... 水晶の窓

25... 一般的なシステム制御器

27... 装填ロック区画

29... プロセス区画

31, 35... パルプ

33, 41... 機械的なポンプ

37, 39... 拡散ポンプ

45, 49... バッフル

51... プラズマ領域

55... 磁気構造体 57... カソード

59... コンジット

図面の添付(内容に変更なし)

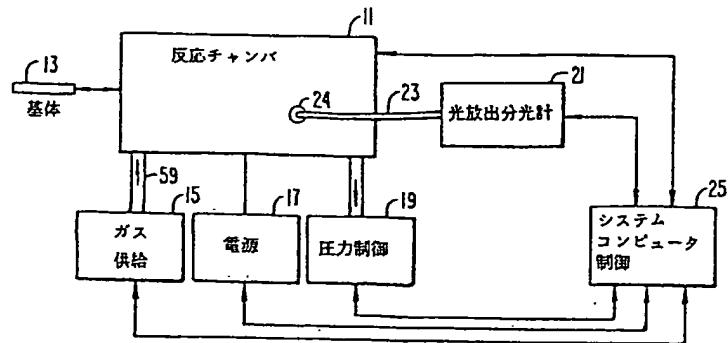


FIG. 1.

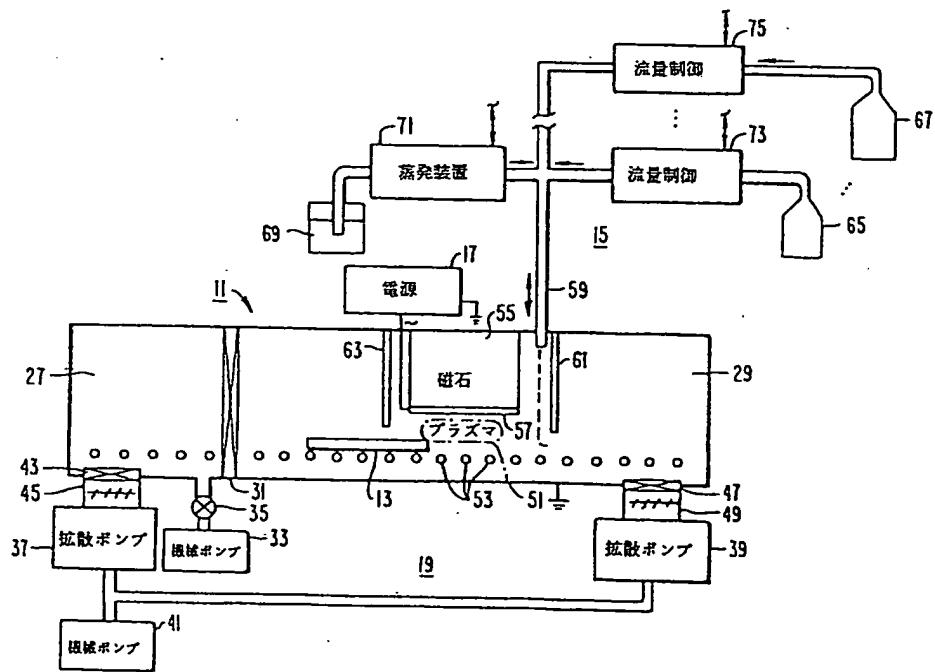


FIG. 2.

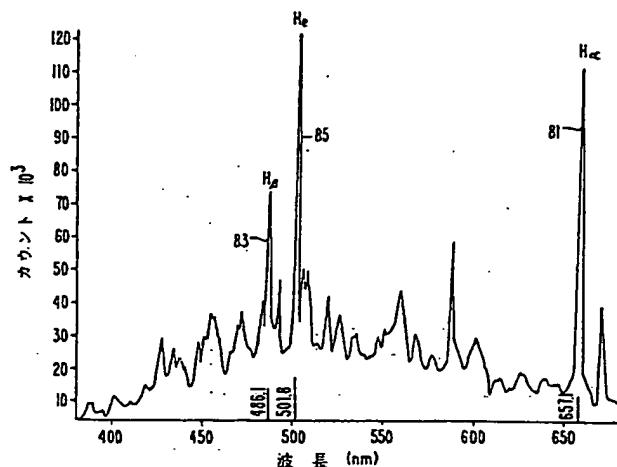
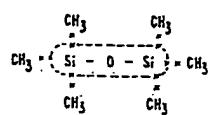
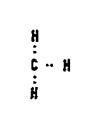


FIG. 3.



結合強度  
— 8.31 eV  
-- 4.53 eV

FIG. 4A.



結合強度  
-- 3.51 eV

FIG. 4B.



結合強度  
6.31 eV

FIG. 4C.

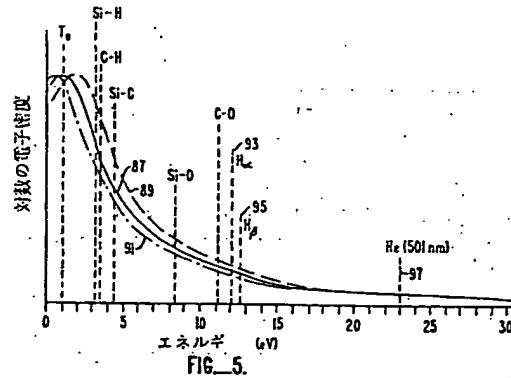


FIG. 5.

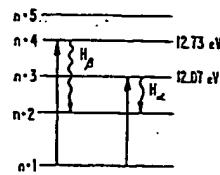


FIG. 6.

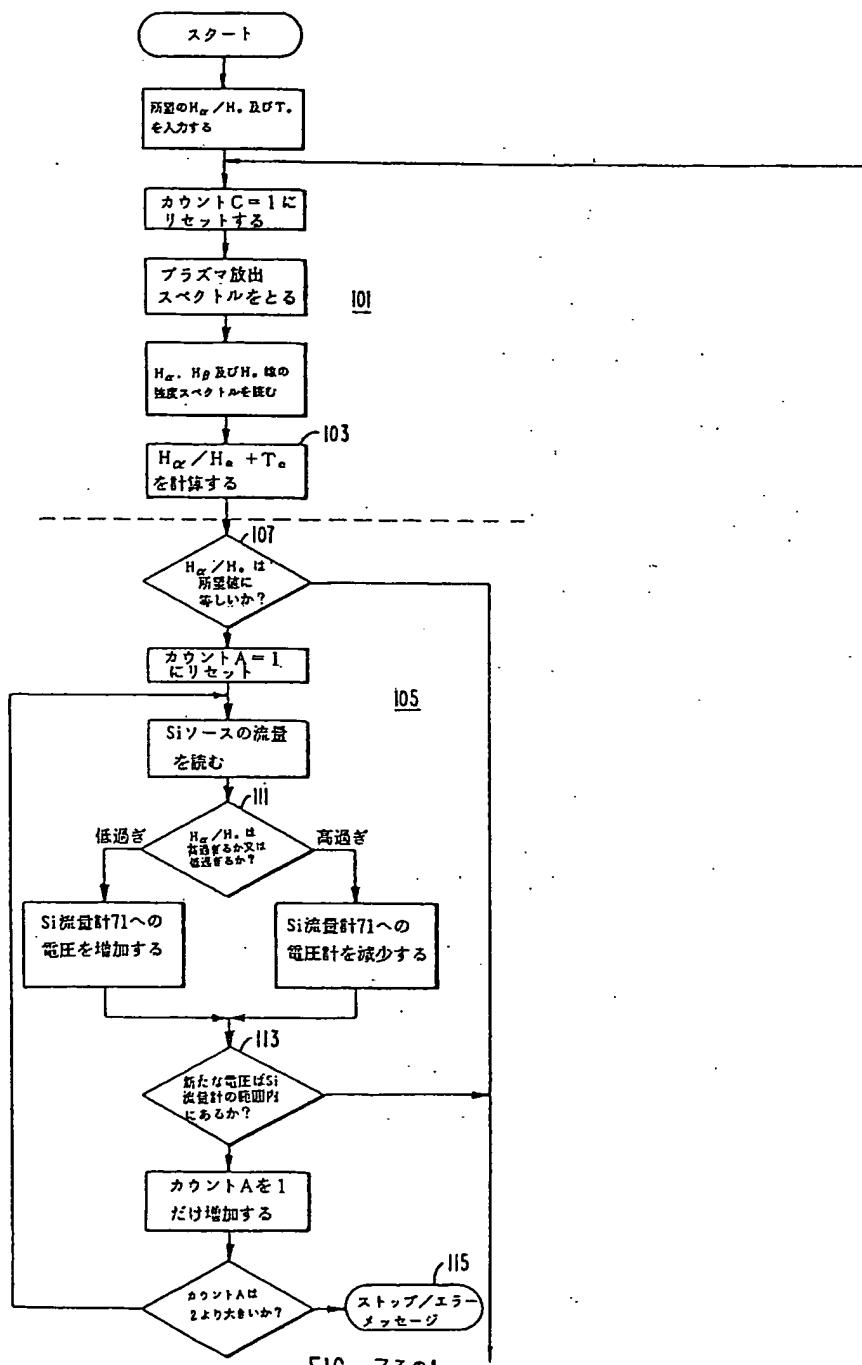


FIG. 7その1 (FIG. 7その2へ)

(FIG. 7その2から)

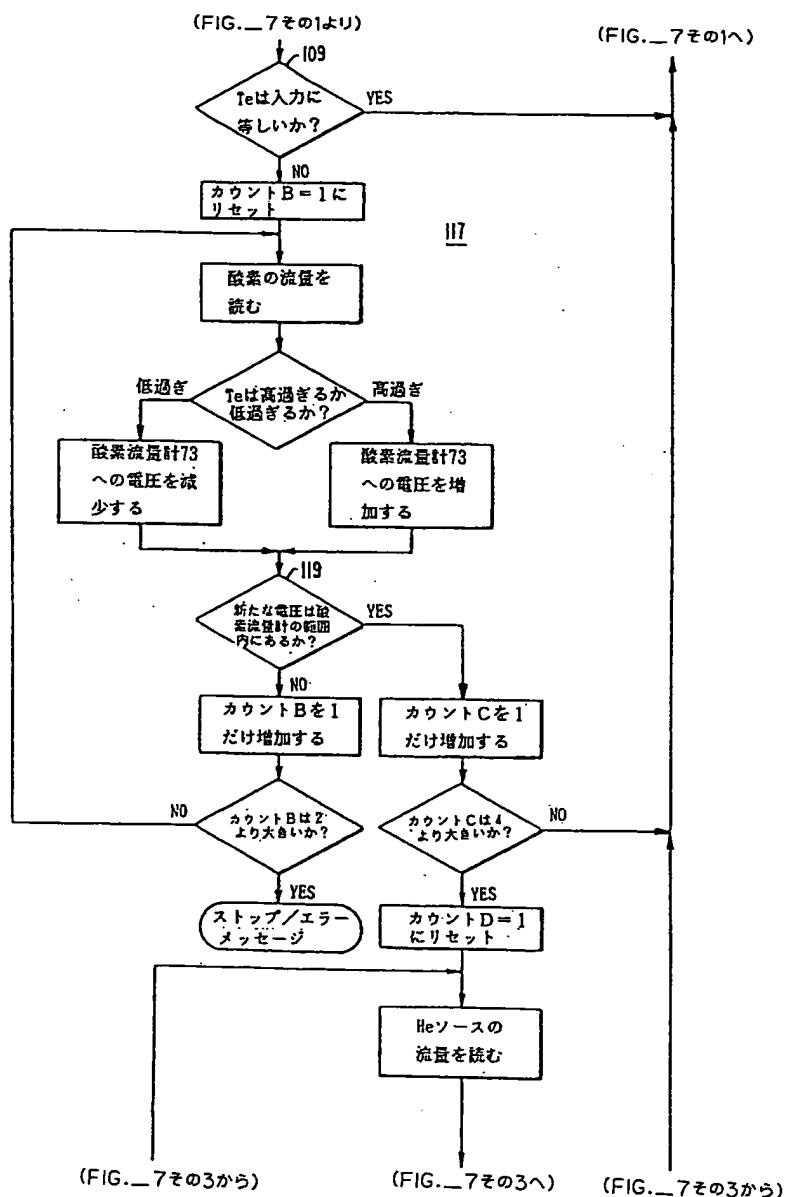


FIG. 7-2

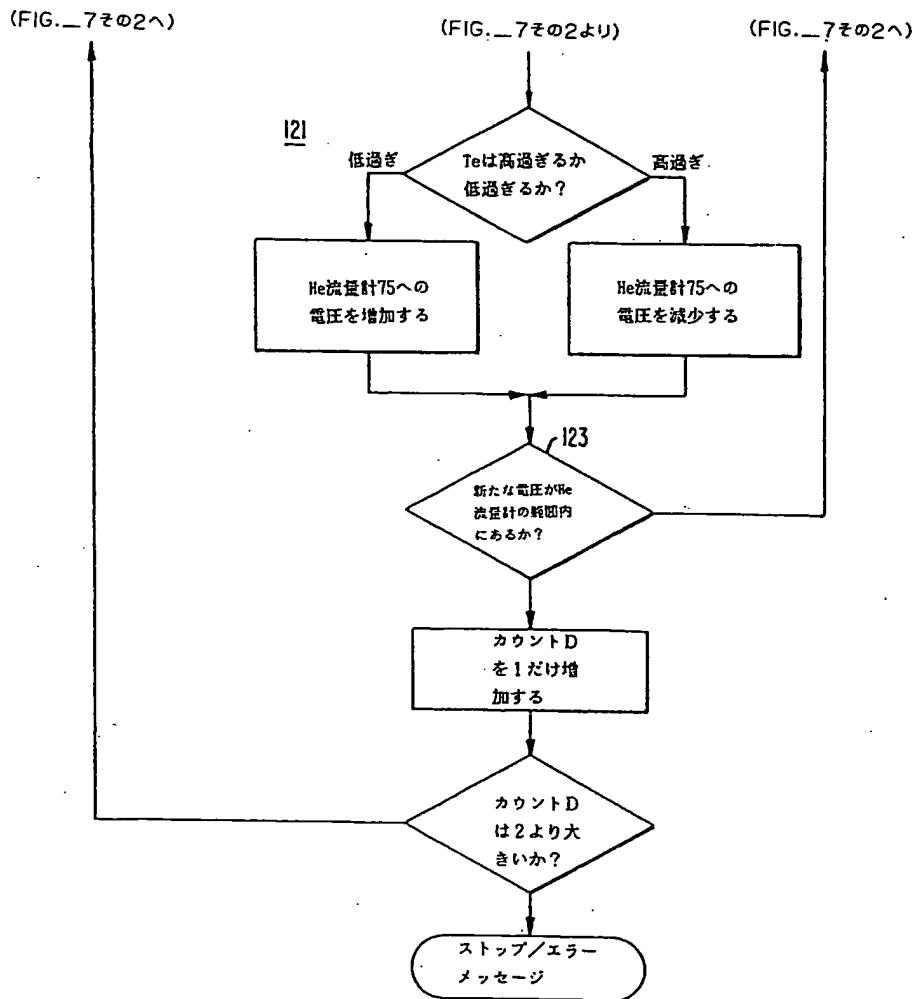


FIG. 7その3

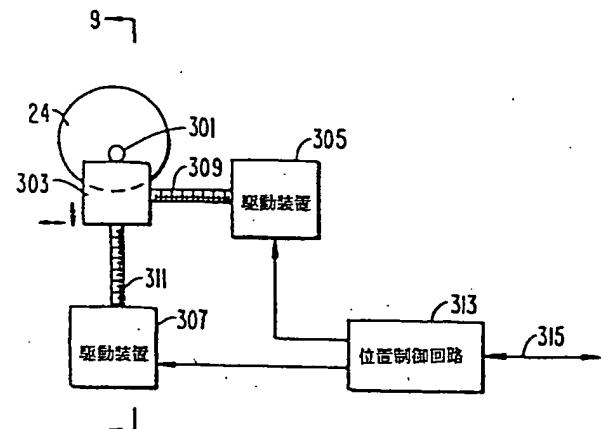


FIG. 8.

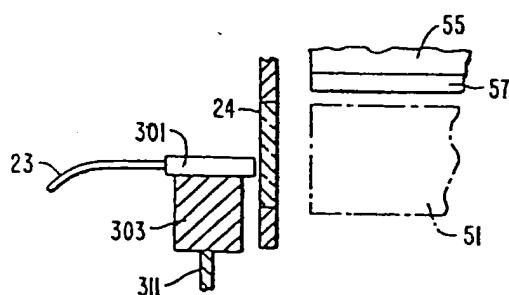


FIG. 9.

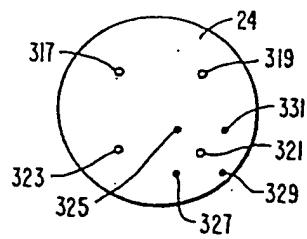


FIG. 10.

手 続 换 正 書 (方式)

63.10.20  
昭和 年 月 日

特許庁長官 吉田文毅 殿

1. 事件の表示 昭和63年特許願第176851号

2. 発明の名称 プラズマによる薄いフィルムの付着  
プロセスを制御する方法及び装置

3. 换正をする者

事件との関係 出願人

名 称 ザ ピーオーシー グループ  
インコーポレーテッド

4. 代理人

住 所 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号  
電話(代) 211-8741

氏 名 (5995) 弁理士 中 村 稔  


5. 换正命令の日付 昭和63年9月27日

6. 换正の対象 (1)願書の出願人の欄  
(2)代理権を証明する書面  
(3)全図面

7. 换正の内容 別紙の通り

  
願書に最初に添付した図面の添付  
(内容に変更なし)